

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2000-096220

(43)Date of publication of application : 04.04.2000

(51)Int.Cl.

C23C 14/34

B22F 3/15

C22C 19/07

(21)Application number : 10-265587

(71)Applicant : HITACHI METALS LTD

(22)Date of filing : 21.09.1998

(72)Inventor : TAKASHIMA HIROSHI
KAGEYAMA KAGEHIRO

(54) COBALT-CHROMIUM SPUTTERING TARGET AND ITS MANUFACTURE

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a Co-Cr alloy sputtering target for forming high strength non-magnetic amorphous films and microcrystalline films, and a method for manufacturing the same.

SOLUTION: This target has a composition composed mainly of Co and containing Cr as an essential component. Moreover, a Co-Cr phase (σ -phase) and a phase of an intermetallic compound consisting of Co and an element selected from the group IVa and Va elements are present in the structure. Further, the maximum diameter of an inscribed circle in contact with the phase boundary in a microstructure is regulated substantially to $\leq 10 \mu\text{m}$. By this method, the target having high coercive force not lower than 400 MPa can be obtained.

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号
特開2000-96220
(P2000-96220A)

(43) 公開日 平成12年4月4日 (2000.4.4)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テーマコード* (参考)
C 2 3 C	14/34	C 2 3 C 14/34	A 4 K 0 1 8
B 2 2 F	3/15	C 2 2 C 19/07	C 4 K 0 2 9
C 2 2 C	19/07	B 2 2 F 3/14	E

審査請求 未請求 請求項の数4 O L (全 7 頁)

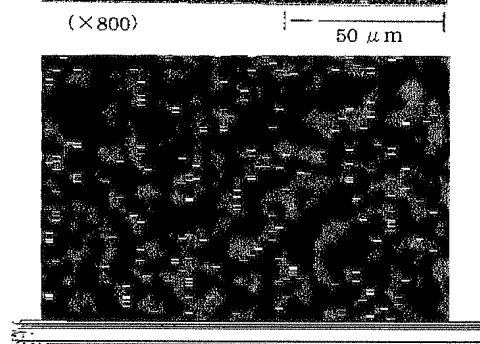
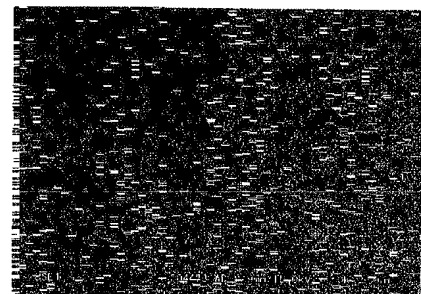
(21) 出願番号	特願平10-265587	(71) 出願人	000003083 日立金属株式会社 東京都港区芝浦一丁目2番1号
(22) 出願日	平成10年9月21日 (1998.9.21)	(72) 発明者	高島 洋 島根県安来市安来町2107番地2 日立金属 株式会社冶金研究所内
		(72) 発明者	影山 景弘 島根県安来市安来町2107番地2 日立金属 株式会社冶金研究所内
		F ターム (参考)	4K018 AA10 KA29 4K029 BA24 BD11 CA05 DC04 DC09

(54) 【発明の名称】 CoCr系スパッタリングターゲットおよびその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 高い強度を有する非磁性な非晶質膜や微結晶膜形成用CoCr系合金スパッタリング用ターゲットとその製造方法を提供する。

【解決手段】 本発明は、Coを主体とし、Crを必須として含有し、組織中にCoCr相 (σ 相) とCoと4a族元素および5a族元素から選ばれる元素からなる金属間化合物相とが存在し、マイクロ組織において相の境界に接する内接円の最大径を実質的に10 μ m以下とすることにより、400MPa以上の高い抗折力を有するターゲットを得たものである。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 Coを主体としCrを必須として含有し組織中にCoCr相(σ相)が存在するCoCr系スパッタリングターゲットであって、抗折力が400MPa以上であることを特徴とするCoCr系合金スパッタリングターゲット。

【請求項2】 組織中に実質的にCoCr相(σ相)と、Coと4a族元素および5a族から選ばれる元素とを主体とする金属間化合物相とが存在し、マイクロ組織において相の境界に接する内接円の最大径が実質的に10μm以下であることを特徴とするCoCr系合金スパッタリングターゲット。

【請求項3】 原子%で $\text{Co}_{100-x-y}\text{Cr}_x\text{M}_y$ (M=4a族元素、5a族元素)で表される関係式において $20 \leq x \leq 50$ 、 $2 \leq y \leq 20$ を満たすことを特徴とする請求項1または2に記載のCoCr系合金スパッタリングターゲット。

【請求項4】 原子%で $\text{Co}_{100-x-y}\text{Cr}_x\text{M}_y$ (M=4a族元素、5a族元素)で表される関係式において $20 \leq x \leq 50$ 、 $2 \leq y \leq 20$ を満たす溶湯を急冷凝固して得た粉末を加圧焼結し、相の境界に接する内接円の最大径が実質的に10μm以下のマイクロ組織に調整することを特徴とするCoCr系ターゲットの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明が属する技術分野】本発明は、スパッタリング用ターゲットに係り、特にCo-Cr-M (M=4a族元素、5a族元素)膜を磁気ディスク上に形成する際に用いられるスパッタリング用ターゲットおよびその製造方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】磁気記録材料は高密度、大容量、高速アクセスを図るために技術革新が行われており、パーソナルコンピュータの外部記憶装置として使用される磁気ディスクに対しても様々な研究開発が行われている。現在、磁気ディスクはディスク面に水平に磁化させて信号を記録する面内磁気記録方式が採用されており、hcp構造をとるCoCr合金層の磁化容易軸であるc軸を面内に配向させるために下地層にCrを形成し、その上に記録層であるCoCrTa、CoCrTaPt等のCoCr合金を積層した構造が主流である。従来、記録密度の向上のために記録層の組成開発による改良が行われていたが、最近では下地層の改良により記録層の結晶性を制御する方法が検討され、実用化されている。

【0003】例えば、特開平10-79113には下地層をhcp構造の層がbcc構造の層で挟まれた構造とし、hcp構造の層をCrを30~40原子%含有するCo合金とすることで、高い記録密度とS/N比を有する磁気記録媒体が得られることが開示されている。ま

た、特開平10-74313には下地層を複数の下地層から形成された多層下地とし、そのうち少なくとも一層をCoを含有し、非磁性でかつ非晶質もしくは微結晶となる材料とすることで高い記録密度と高いS/N比を有する磁気記録媒体が得られることが開示されている。

【0004】以上のように最近では磁気ディスクの下地層として非磁性な非晶質膜や微結晶膜が使用されており、特に記録層に比べてCr含有量が多く、非磁性となるCoCr系合金が使用される傾向にある。通常、磁気ディスクは直流マグネトロンスパッタリング法によって製造されており、合金膜を形成する場合は所望の組成の合金ターゲットを用いて形成されている。上述のCoCr系合金ターゲットは溶解鋳造法によって製造されている。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】一般に、非晶質膜や微結晶膜を得やすい組成は共晶点に近い組成であり、このような合金のターゲットを溶解鋳造法によって製造した場合、鋳型の温度分布等の影響によって凝固速度が場所によって異なるため典型的には初晶部と共晶部からなる組織となり、しかも均一性の低い組織となる。特に、上述の非磁性な非晶質膜や微結晶膜の母材となるCr含有量の多いCoCr系合金の場合、脆いCoCr相(σ相)が組織の一部を構成する 경우가多く、しかも不均一な鋳造組織のため、十分な強度が得られない。

【0006】特に最近では磁気ディスクの生産効率を高めるために、高速スパッタを行う傾向にあり、上述のCoCr系合金ターゲットはスパッタ中に割れが発生し、磁気ディスクの生産性を大幅に低下させる原因となっている。このようなスパッタ中に生じるターゲットの割れは、装置に固定されたターゲットがスパッタにより加熱されて熱膨張することで内部応力が発生し、ターゲットの強度がこの応力に耐えられないために生じると考えられる。そして、上述のCoCr系合金ターゲットにおける割れの問題を解決する方法については未だ開示されていないのが実状である。本発明の目的は、以上の問題点を鑑み、高い強度を有する非磁性な非晶質膜や微結晶膜形成用CoCr系合金スパッタリング用ターゲットとその製造方法を提供することである。

【0007】

【課題を解決するための手段】本発明者は上述の問題について鋭意検討を行った結果、上記ターゲットの割れの原因はターゲット組織に不均一に存在する粗大な脆化相にあり、この粗大な相によって亀裂が伝搬されて割れに至ることを見出した。そして、前記CoCr系合金ターゲットのように脆弱なσ相が存在する組織であっても、組織の均質性を高め、微細化することによって大幅な強度向上が実現されることを見出し本発明に到達した。

【0008】すなわち本発明はCoを主体とし、Crを必須として含有し、組織中にCoCr相(σ相)が存在

するCoCr系スパッタリングターゲットであって、抗折力が400MPa以上であることを特徴とするCoCr系合金スパッタリングターゲットである。

【0009】本発明のターゲットの具体的な組織は、ターゲットの組織としては実質的にCoCr相(σ 相)と、Coと4a族元素および5a族元素から選ばれる元素からなる金属間化合物相とが存在し、ミクロ組織において相の境界に接する内接円の最大径を実質的に10 μ m以下とすることにより、高い抗折力を有するターゲットを得ることができる。

【0010】本発明のターゲットの組成は原子%で $\text{Co}_{100-x-y}\text{Cr}_x\text{M}_y$ (M=4a族元素、5a族元素)で表される関係式において $20 \leq x \leq 50$ 、 $2 \leq y \leq 20$ を満たすことが好ましい。

【0011】本発明のターゲットは原子%で $\text{Co}_{100-x-y}\text{Cr}_x\text{M}_y$ (M=4a族元素、5a族元素)で表される関係式において $20 \leq x \leq 50$ 、 $2 \leq y \leq 20$ を満たす合金を急冷凝固して得た粉末を加圧焼結し、相の境界に接する内接円の最大径を実質的に10 μ m以下のミクロ組織を得る本発明の製造方法により得ることができる。

【0012】

【発明の実施の形態】本発明の重要な特徴は、脆弱な σ 相が存在するCoCr系ターゲット組織において、破壊防止に有効な抗折力400MPa以上という従来にないターゲットを提供することである。具体的には、本発明においてはCoCr相(σ 相)をはじめとするターゲットを構成する個々の相が均質かつ微細な組織を構成するように調整することにより、高い抗折力を得ることができる。

【0013】抗折力の高い組織は、たとえば図1のミクロ組織の模式図に示すように、相の境界に接する内接円の最大径を実質的に10 μ m以下とした組織である。この組織において測定される内接円の最大径は好ましくは5 μ m以下とすることによりさらに抗折力を高めることができる。特に組織が主に金属間化合物相から構成される合金では、個々の相を均質かつ微細なるよう調整することにより、飛躍的に強度を高めることができる。

【0014】特に、本発明で規定する4a、5a族元素(V, Nb, Ta, Ti, Zr, Hf)は、膜を微結晶化もしくは非晶質化させ、記録膜の結晶粒を微細化し、磁気記録特性を向上させるために添加できるものである。本発明者の検討によれば、これらの元素を含有するCoCr合金ターゲットは主にCoCr相(σ 相)及びCoとこれらの元素からなる金属間化合物とで構成された組織となるため、極めて脆弱なターゲットとなり易い。このような合金ターゲットにおいては、特に本発明の効果が顕著であり、個々の相の境界に接する内接円の最大径を実質的に10 μ m以下とすることで飛躍的に強度を高めることができる。

【0015】なお、上述の組織観察規定は原子量が異なる元素を含む相の識別が容易な走査型電子顕微鏡(SEM)の反射電子像によって行うことができる。現在の走査型電子顕微鏡の精度では、最大長径が1 μ mに満たない異相や個々の相内における結晶粒の識別は困難であるため、上述の個々の相とは最大長径が1 μ m以上の異相を含まない領域とする。

【0016】本発明において、必須であるCrは、CrにはCoの磁化を低減し、下地膜の磁性が記録膜に悪影響を与えるのを防ぐものである。特に非晶質膜を得るためには共晶点付近の組成とすることが望ましく、原子%で $\text{Co}_{100-x-y}\text{Cr}_x\text{M}_y$ (M=4a族元素、5a族元素)で表される関係式において $20 \leq x \leq 50$ 、 $2 \leq y \leq 20$ を満たすことが好ましい。組成範囲をこの様に規定したのは規定範囲の下限を下回ると膜が結晶化する上に強磁性となり、上限を超えた場合も膜が結晶化するため、記録層の磁気特性を劣化させるからである。尚、微結晶化もしくは非晶質化させる効果などの下地膜に要求される付加的な特性を改善させる元素は、上記M以外の元素を添加することも当然可能である。

【0017】上述した本発明のターゲットは、例えば以下の方法で得ることができる。まず、上述したCoを主体としてCrを必須として、4a族、5a族から選ばれる元素のうち少なくとも一種以上を含有し、平衡状態においてCoCr(σ 相)を発現し得る組成を有する合金溶湯をガスアトマイズ、回転電極アトマイズ、遠心噴霧法、さらには熔融滴下法等の急速凝固法によって急冷凝固粉末とする。急冷凝固法によって得られた粉末は、極めて微細な析出相を有する組織となり、焼結体組織を微細化させる効果がある。

【0018】ガスアトマイズ時の雰囲気は通常不活性ガスであるAr、窒素、空気が使用されるが、特にArを使用することが好ましい。これは窒素を使用した場合、溶湯を噴出させるノズル部分に窒化物が形成されノズルが閉塞する場合があるからであり、空気を使用した場合前記理由に加えて、粉末表面が酸化して焼結性が低下し、さらに該ターゲットを使用して形成される薄膜の膜質が劣化するからである。ガスアトマイズによって得られた粉末を、好ましくは32メッシュ以上(495 μ m以下)のふるいによって分級を行う。

【0019】これは、粒径の大きい粉末は凝固速度が遅く、粉末の組織に粗大な析出相が存在するため、上記急冷凝固によって得られた粉末をそのまま焼結すると焼結体組織の析出相が粗大化し、ターゲットの機械的強度を低下させる原因になるためである。したがって、冷却速度が十分に速く微細な化合物相を有する粉末を選択するために分級を行うことが好ましいのである。以上の様にして得られた粉末はCoを主体とするマトリックスに微細な金属間化合物が析出した組織を有する粉末から構成され、焼結体組織を均質微細化させる効果がある。

【0020】上記の方法によって得られた合金粉末をHIP（熱間静水圧プレス）、ホットプレス、熱間押し出しなどの方法によって加圧焼結を行う。加圧焼結時の温度は700～1300℃の範囲が好ましい。これは700℃以下では拡散が十分でないため焼結体に欠陥を生じやすく、1300℃以上では粉末が溶解して危険を伴うからである。また、上述の温度範囲においても温度を高く設定すると焼結体組織が粗大化し上述の本発明の規定範囲を外れて、抗折強度が低下する場合がある。よって、焼結温度の設定は、上述の範囲内で組織との相関を確認しながら行うことが好ましい。加圧焼結時の圧力は好ましくは20MPa以上であり、さらに好ましくは5

0MPa以上である。加圧焼結時の圧力が低い場合、焼結体に欠陥を生じスパッタ中の異常放電等の原因となる場合がある。

【0021】

【実施例】ガスアトマイズ法によりArガス雰囲気中で表1に示す試料No. 1～6の組成の合金粉末を作製した。この粉末を60メッシュ以下に分級したのち、充填部分が直径133mm高さ30mmの軟鉄製のHIP缶に充填し、油拡散ポンプによって排気を行いながら400℃で加熱を行って脱気封止を行った。

【0022】

【表1】

試料No.	粉末組成(at%)	HIP条件	個々の相に接する最大内接円径(μm)	抗折力(MPa)	ターゲットの割れの有無	備考
1	Co-30Cr-10Zr	1050℃×150MPa×3h	2.5	540	なし	本発明例
2	Co-30Cr-8Zr	1050℃×150MPa×3h	2.2	510	なし	本発明例
3	Co-35Cr-10Zr	1050℃×150MPa×3h	3	520	なし	本発明例
4	Co-30Cr-10Ta	1050℃×150MPa×3h	1.5	495	なし	本発明例
5	Co-30Cr-10Ta	1050℃×150MPa×3h	4	600	なし	本発明例
6	Co-40Cr-8Ta	1050℃×150MPa×3h	1.9	510	なし	本発明例
7	Co-30Cr-10Zr	溶解鑄造	27	230	有り	比較例
8	Co-40Cr-8Ta	溶解鑄造	35	205	有り	比較例

【0023】次にHIP装置にて表1に示した条件で加圧焼結を行い、機械加工によってHIP缶を除去した後、X線回折測定用試験片、マイクロ組織観察用の試験片、直径100mm板厚5mmのターゲット、スパン50mm断面5mm×5mmの3点曲げ抗折試験片を5個採取した。マイクロ組織観察用試験片は表面を粗研磨後、ダイヤモンド砥粒を使用して鏡面研磨を施した後、SEMの反射電子像を撮影した。X線回折測定用試験片はさらに電解研磨を施して研磨面を測定面として測定を行った。抗折力は上記試料を用いて3点曲げ試験にてクロスヘッドスピード10.5mm/minで測定を行った。

【0024】本発明のターゲットのX線回折図形は典型的には、図2に示す試料1のようになり、CoCr相(σ相)、Co₂Zr相と推定される回折ピークと同定不可能な化合物相と推定される回折ピークが確認された。マイクロ組織は典型的には図3に示す試料1のマイクロ組織のようになり、EDX分析の結果からこの図3における黒色部からは主にCo、Crが検出され、白色部からは主にCo、Zrが検出されたこと、前記X線回折の結果から、それぞれCoCr相(σ相)、Co₂Zr相であると推定される。全ての試料について個々の相に描かれる内接円の最大径は実質的に10μm以下となる均質微細な組織となり、抗折力はいずれも400MPa以上の値を示した。

【0025】次にターゲットをマグネトロンカソードを有するスパッタ装置に装着して直流電源により投入電力2kWを印可して5時間経過したのちのターゲットの外

観を確認したところ、表1に示すように本発明のターゲットには割れが見られなかった。

【0026】(比較例)比較のため表1に示す試料No. 7、8組成の合金を溶解し、直径150mm高さ150mmのFe製鑄型に鑄造し、得られた銅塊から機械加工によりX線回折測定用試験片、マイクロ組織観察用の試験片、直径100mm板厚5mmのターゲット、スパン50mm断面5mm×5mmの3点曲げ抗折試験片を採取し、上述の本発明例と同様の評価を行った。

【0027】比較例のターゲットのX線回折図形は典型的には図4に示す試料7のようになり、本発明によるターゲットと同様にCoCr相(σ相)、Co₂Zr相と推定される回折ピークと同定不可能な化合物相と推定される回折ピークが確認されたものの、マイクロ組織は典型的には図5に示す試料7のように相の境界に接する内接円の最大径が25μmを超える粗大な部分が多数確認され、抗折力は250MPa未満であった。次にターゲットをマグネトロンカソードを有するスパッタ装置に装着して直流電源により投入電力2kWを印可して5時間経過したのちのターゲットの外観を確認したところ、ターゲット表面に割れが確認された。

【0028】

【発明の効果】本発明によれば、高い強度を有するCo-Cr(M)系スパッタリングターゲットが得られることから、磁気ディスクの安定製造上欠くことのできない技術となる。

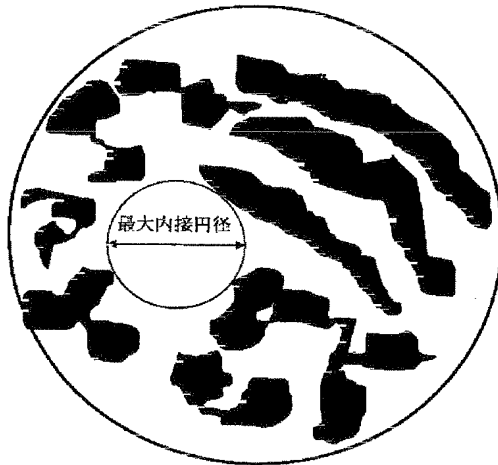
【図面の簡単な説明】

【図1】マイクロ組織の相に接する最大内接円径を示す模式図である。

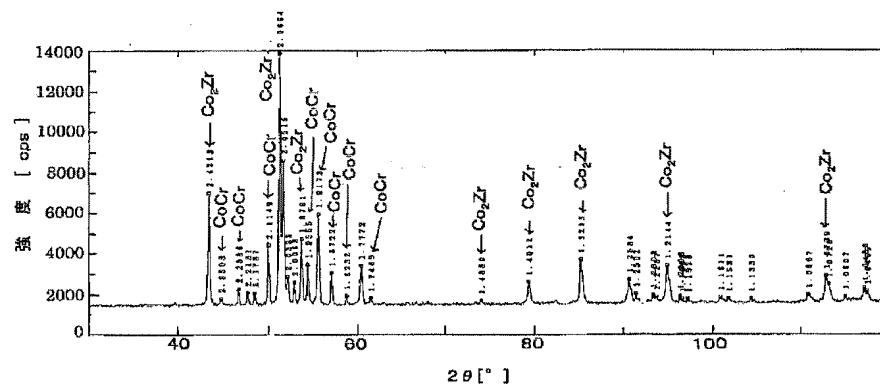
【図2】本発明の実施例における試料1のX線回折パターンである。

【図3】本発明の比較例における試料1の走査型電子顕微鏡の反射電子像によって示す金属マイクロ組織写真である。

【図1】

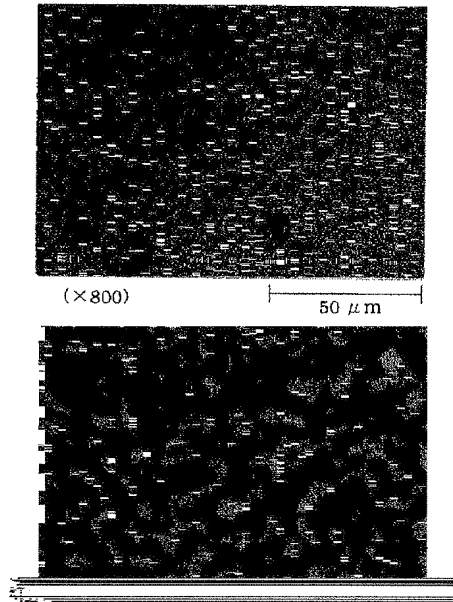


【図2】

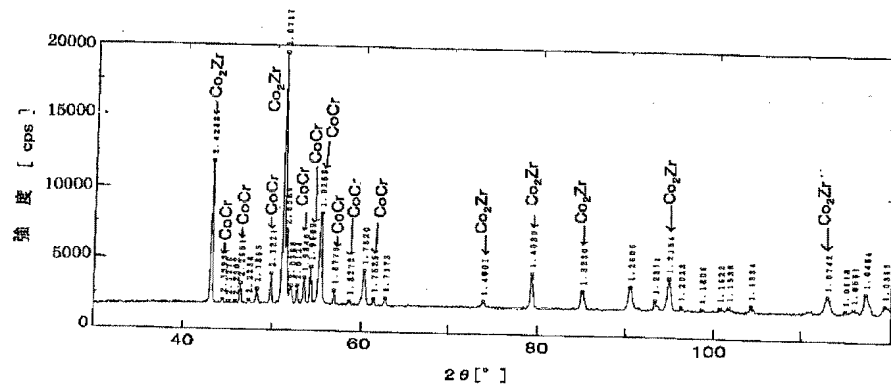


(6) 開2000-96220 (P2000-96220A)

【図3】

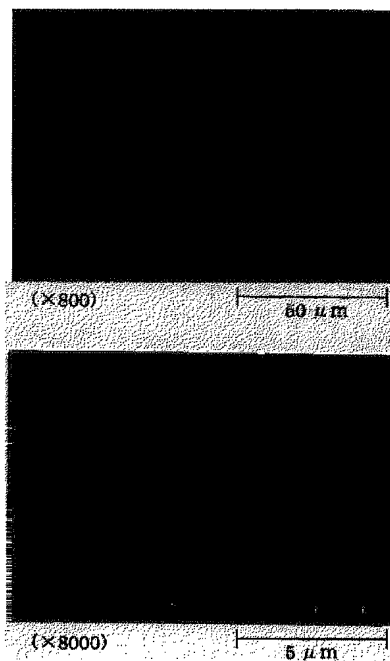


【図4】



(7) 開2000-96220 (P2000-96220A)

【図5】



* NOTICES *

JP0 and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.**** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[The technical field to which an invention belongs] This invention relates to a target for sputtering used when starting the target for sputtering, especially forming a Co-Cr-M (M=4a group element, 5a group element) film on a magnetic disk, and a manufacturing method for the same.

[0002]

[Description of the Prior Art]In order that a magnetic recording material may plan high density, large scale, and rapid access, technical innovation is performed, and various research and development are done also to the magnetic disk used as an external storage of a personal computer. The field inner magnet mind recording method which makes a magnetic disk magnetize at a level with a disc face, and records a signal is adopted now, The structure which formed Cr in the foundation layer in order to carry out orientation of the c axis which is an easy axis of the CoCr alloy layer which takes hcp structure into a field, and laminated on it CoCr alloys which are recording layers, such as CoCrTa and CoCrTaPt, is in use. Although improvement by presentation development of a recording layer was conventionally performed for improvement in storage density, these days, the method of controlling the crystallinity of a recording layer by improvement of a foundation layer is examined and put in practical use.

[0003]For example, it is considered as the structure where the foundation layer was inserted into the layer of hcp structure in the layer of bcc structure at JP,10-79113,A, and it is indicated that the magnetic recording medium which has high storage density and S/N ratio by using the layer of hcp structure as the Co alloy which does 30-40 atom % content of Cr is obtained. A foundation layer is used as the multilayer ground formed from two or more foundation layers at JP,10-74313,A, It is indicated that the magnetic recording medium which has high storage density and a high S/N ratio by using at least one layer as the material which contains Co, is amorphous nonmagnetic or serves as

micro crystallite before long is obtained.

[0004]As mentioned above, these days, an amorphous film and a microcrystal film nonmagnetic as a foundation layer of a magnetic disk are used, and especially compared with a recording layer, there are many Cr contents and it is in the tendency for the CoCr system alloy used as nonmagnetic to be used. Usually, the magnetic disk is manufactured by direct-current magnetron sputtering method, and when forming an alloy film, it is formed using the alloy target of a desired presentation. The above-mentioned CoCr system alloy target is manufactured by the dissolution casting process.

[0005]

[Problem(s) to be Solved by the Invention]Generally the presentation which is easy to obtain an amorphous film and a microcrystal film is a presentation near an eutectic point, When the target of such an alloy is manufactured according to a dissolution casting process, under the influence of the temperature distribution of a mold, etc., since coagulation speed changes with places, it becomes an organization which consists of a primary phase part and a eutectic crystal part typically, and, moreover, becomes a homogeneous low organization. In the case of a CoCr system alloy with many Cr contents which serve as a base material of an amorphous film nonmagnetic in ****, or a microcrystal film especially, sufficient intensity is not obtained for the cast structure where the case where a weak CoCr phase (sigma phase) constitutes some organizations is uneven many moreover.

[0006]In order especially to raise the productive efficiency of a magnetic disk these days, it is in the tendency to perform high-speed weld slag, and a crack occurs during weld slag and the above-mentioned CoCr system alloy target has become the cause of reducing the productivity of a magnetic disk substantially. It is thought that a crack of the target produced during such weld slag is produced since internal stress occurs by the target fixed to the device being heated by weld slag, and expanding thermally and intensity of a target cannot bear this stress. And about the method of solving the problem of the crack in an above-mentioned CoCr system alloy target, the actual condition is not yet indicated. The purpose of this invention is to provide the nonmagnetic amorphous film and the target for CoCr system alloy sputtering for microcrystal film formation which have high intensity, and its manufacturing method in view of the above problem.

[0007]

[Means for Solving the Problem]It found out a cause of a crack of the above-mentioned target having this invention person in a big and rough embrittlement phase which exists in a target organization unevenly, as a result of examining an above-mentioned problem wholeheartedly, and a crack spreading with this big and rough phase, and resulting in a crack. And even if it was an organization where a vulnerable sigma phase exists like

said CoCr system alloy target, by improving and carrying out minuteness making of the homogeneity of an organization, it found out that large improving strength was realized and this invention was reached.

[0008]That is, it is a CoCr system sputtering target which this invention makes Co a subject and contains Cr as indispensable and in which a CoCr phase (sigma phase) exists during an organization, and is a CoCr system alloy sputtering target, wherein anti-**** is 400 or more MPa.

[0009]A concrete organization of a target of this invention substantially as an organization of a target A CoCr phase (sigma phase), An intermetallic compound phase which consists of an element chosen from Co, 4a group element, and 5a group element exists, and a target which has high anti-**** can be obtained by an overall diameter of an inscribed circle which touches a boundary of a phase in a microstructure being 10 micrometers or less substantially.

[0010]As for a presentation of a target of this invention, it is preferred to fill $20 \leq x \leq 50$ and $2 \leq y \leq 20$ with atomic % in an expression of relations expressed with $\text{Co}_{100-x-y}\text{Cr}_x\text{M}_y$ (an M=4a group element, 5a group element).

[0011]a target of this invention -- atomic % -- $\text{Co}_{100-x-y}\text{Cr}_x\text{M}_y$ (an M=4a group element.) Pressure sintering of the powder which obtained it by carrying out the rapid solidification of the alloy which fills $20 \leq x \leq 50$ and $2 \leq y \leq 20$ in an expression of relations with which it is expressed with 5a group element can be carried out, and an overall diameter of an inscribed circle which touches a boundary of a phase can be obtained with a manufacturing method of this invention which obtains a microstructure of 10 micrometers or less substantially.

[0012]

[Embodiment of the Invention]In the CoCr system target organization in which a vulnerable sigma phase exists, the important feature of this invention is providing the target which is not in the former called 400 or more MPa of anti-**** effective in the prevention from destructive. High anti-**** can be obtained by adjusting so that an organization specifically homogeneous [each phase which constitutes targets including a CoCr phase (sigma phase) in this invention], and detailed may be constituted.

[0013]The high organization of anti-**** is an organization which set substantially to 10 micrometers or less the overall diameter of the inscribed circle which touches the boundary of a phase, as shown, for example in the mimetic diagram of the microstructure of drawing 1. The overall diameter of the inscribed circle measured in this organization can heighten anti-**** further by being preferably referred to as 5 micrometers or less. the phase of each [the alloy in which especially an organization mainly comprises an intermetallic compound phase] -- homogeneity -- and detailed -- it needs -- intensity can be raised by leaps and bounds by adjusting.

[0014]Especially 4a and 5a group element (V, Nb, Ta, Ti, Zr, Hf) that are specified by this invention can add a film micro-crystallite-izing or in order to make it become amorphous, to carry out minuteness making of the crystal grain of record film and to raise the magnetic-recording characteristic. According to this invention person's examination, since the CoCr alloy target containing these elements serves as an organization which comprised an intermetallic compound which mainly consists of a CoCr phase (sigma phase), and Co(es) and these elements, it turns into a very vulnerable target easily. especially in such an alloy target, the effect of this invention is remarkable and intensity can be raised by leaps and bounds because the overall diameter of the inscribed circle which touches the boundary of each phase shall be 10 micrometers or less substantially.

[0015]The reflection electron image of a scanning electron microscope (SEM) with easy discernment of the phase containing the element in which atomic weights differ can perform above-mentioned texture observation regulation. In the accuracy of the present scanning electron microscope, since discernment of the crystal grain in the unusual appearance and each Aiuchi by whom the diameter of maximum length is less than 1 micrometer is difficult, the diameter of maximum length makes it each above-mentioned phase with the field which does not contain an unusual appearance of 1 micrometers or more.

[0016]In this invention, magnetization of Co is reduced to indispensable Cr and Cr, and it prevents the magnetism of a ground film having an adverse effect on record film. In order to obtain especially an amorphous film, it is desirable to consider it as the presentation near an eutectic point, and it is preferred to fill $20 \leq x \leq 50$ and $2 \leq y \leq 20$ in the expression of relations expressed with $\text{Co}_{100-x-y}\text{Cr}_x\text{M}_y$ (an M=4a group element, 5a group element) by atomic %. It is because a film crystallizes, and also a film crystallizes also when it becomes ferromagnetism and a maximum is exceeded, so having specified the composition range to this appearance will degrade the magnetic properties of a recording layer if less than the minimum of a stipulated range. Naturally the element which makes the additional characteristic required of ground films, such as micro-crystallite-izing or an effect made to make it amorphous, improve can also add elements other than the above-mentioned M.

[0017]The target of this invention mentioned above can be obtained, for example by the following methods. First, more than a kind is contained at least among the elements chosen from 4a fellows and 5a fellows, using Cr as indispensable by making into a subject Co mentioned above, The molten metal which has the presentation which may reveal CoCr (sigma phase) in an equilibrium situation is made into the end of rapidly solidified powder by rapid solidification processings, such as gas atomization, rotating electrode atomization, centrifugal atomization, and also a melt dropping method. The powder obtained by the rapid solidification method serves as an organization which has

a very detailed precipitation phase, and there is an effect to which minuteness making of the sintered compact organization is carried out.

[0018]As for the atmosphere at the time of gas atomization, although Ar, nitrogen, and air which are usually inactive gas are used, it is preferred to use especially Ar. This is because a nitride is formed in the nozzle part which makes a molten metal blow off and a nozzle may blockade, when nitrogen is used, and is because the membranous quality of the thin film which in addition to said Reason the powder surface oxidizes, and a degree of sintering falls, and is further formed using this target deteriorates when air is used. The sieve of 32 or more (495 micrometers or less) meshes performs a classification for the powder obtained by gas atomization preferably.

[0019]The powder in which this [particle diameter's] is large has a slow coagulation speed, and it is because the precipitation phase of a sintered compact organization will become the cause of becoming big and rough and reducing the mechanical strength of a target if the powder obtained by the above-mentioned rapid solidification is sintered as it is, since a big and rough precipitation phase exists in a powdered organization.

Therefore, it is preferred to perform a classification, in order that a cooling rate may choose the powder which has a detailed compound phase quick enough. The powder produced by making it above comprises powder which has the organization where the detailed intermetallic compound deposited in the matrix which makes Co a subject, and there is an effect to which homogeneous minuteness making of the sintered compact organization is carried out.

[0020]Pressure sintering is performed for the after alloy powder obtained by the above-mentioned method by methods, such as extrusion between HIP (hot isostatic press), a hotpress, and heat. The temperature at the time of pressure sintering has the preferred range of 700-1300 **. It is because diffusion is not enough below 700 **, so it is easy to produce a defect in a sintered compact, powder dissolves above 1300 ** and this is accompanied by danger. If temperature is highly set up also in an above-mentioned temperature requirement, a sintered compact organization may become big and rough, and it may separate from the stipulated range of above-mentioned this invention, and anti-chip box intensity may fall. Therefore, as for setting out of sintering temperature, it is preferred to carry out checking correlation with an organization within the limits of above-mentioned. The pressure at the time of pressure sintering is 20 or more MPa preferably, and is 50 or more MPa still more preferably. When the pressure at the time of pressure sintering is low, a defect may be produced in a sintered compact and it may become causes, such as abnormal discharge under weld slag.

[0021]

[Example]The after alloy powder of the presentation of sample No.1 shown in Table 1 in Ar gas atmosphere with a gas atomizing method - 6 was produced. After classifying this powder in 60 or less meshes, while the packing fraction filled up the HIP can made of

soft iron which is 133-mm30 mm in height in diameter and exhausted with the oil diffusion pump, it heated at 400 °C and deaeration closure was performed.

[0022]

[Table 1]

試料No.	粉末組成(at%)	HIP条件	個々の相に接する 最大内接円径(μm)	抗折力 (MPa)	ターゲットの割れの 有無	備考
1	Co-30Cr-10Zr	1050°C × 150MPa × 3h	2.5	540	なし	本発明例
2	Co-30Cr-8Zr	1050°C × 150MPa × 3h	2.2	510	なし	本発明例
3	Co-35Cr-10Zr	1050°C × 150MPa × 3h	3	520	なし	本発明例
4	Co-30Cr-10Ta	1050°C × 150MPa × 3h	1.5	495	なし	本発明例
5	Co-30Cr-15Ta	1050°C × 150MPa × 3h	4	600	なし	本発明例
6	Co-40Cr-8Ta	1050°C × 150MPa × 3h	1.9	510	なし	本発明例
7	Co-30Cr-10Zr	溶解鑄造	27	230	有り	比較例
8	Co-40Cr-8Ta	溶解鑄造	35	205	有り	比較例

[0023]Next, after it performed pressure sintering on the conditions shown in Table 1 with a HIP device and machining removed the HIP can, the specimen for X diffraction measurement, the specimen for microstructure observation, the target of 5 mm of 100-mm board thickness in diameter, and five three point bending transverse test pieces of 5 mm x 5 mm of 50 mm of Sepang sections were extracted. The specimen for microstructure observation photoed the reflection electron image of SEM, after giving mirror polishing for the surface after rough grinding using the diamond abrasive grain. The specimen for X diffraction measurement performed electrolytic polishing further, and measured by making a polished surface into a measuring plane. Anti-**** measured by crosshead speed 10.5 mm/min by the three point bending examination using the above-mentioned sample.

[0024]The X-ray diffraction pattern of the target of this invention became typically like the sample 1 shown in drawing 2, and the diffraction peak presumed to be a CoCr phase (sigma phase) and a Co₂Zr phase and the diffraction peak presumed to be a compound phase which cannot be identified were checked. The microstructure became typically like the microstructure of the sample 1 which shows drawing 3, Co and Cr were mainly detected from the black part in this drawing 3 from the result of EDX analysis, and Co and Zr were mainly detected from white parts, From the result of said X diffraction, it is presumed that they are a CoCr phase (sigma phase) and a Co₂Zr phase, respectively. The overall diameter of the inscribed circle drawn on each phase became a homogeneous detailed organization substantially set to 10 micrometers or less about all the samples, and each anti-**** showed the value of 400 or more MPa.

[0025]Next, when the appearance of the target after equipping with a target the sputter device which has magnetron cathode, carrying out the seal of approval of 2 kW of the supplied power by DC power supply and 5 hours' passing was checked, a crack was not looked at by the target of this invention as shown in Table 1.

[0026](Comparative example) The alloy of sample No.7 shown in Table 1 for comparison and 8 presentation is dissolved, From the steel ingot obtained by casting to the mold made from Fe with a 150-mm height [in diameter] of 150 mm, by machining The specimen for X diffraction measurement, The specimen for microstructure observation, the target of 5 mm of 100-mm board thickness in diameter, and the three point bending transverse test piece of 5 mm x 5 mm of 50 mm of Sepang sections were extracted, and the same evaluation as the above-mentioned example of this invention was performed.

[0027]The X-ray diffraction pattern of the target of a comparative example becomes typically like the sample 7 shown in drawing 4, Although the diffraction peak presumed to be a CoCr phase (sigma phase) and a Co_2Zr phase like the target by this invention and the diffraction peak presumed to be a compound phase which cannot be identified were checked, Many big and rough portions with the overall diameter of greater than 25 micrometers of the inscribed circle which touches the boundary of a phase like the sample 7 which a microstructure shows typically to drawing 5 were checked, and anti-**** was less than 250 MPa. Next, when the appearance of the target after equipping with a target the sputter device which has magnetron cathode, carrying out the seal of approval of 2 kW of the supplied power by DC power supply and 5 hours' passing was checked, the crack was checked in the target surface.

[0028]

[Effect of the Invention]the Co-Cr-(M) system which has high intensity according to this invention -- since a sputtering target is obtained, it becomes indispensable art on stable manufacture of a magnetic disk.

[Translation done.]

* NOTICES *

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.**** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1]A CoCr system alloy sputtering target, wherein it is a CoCr system sputtering target which makes Co a subject and contains Cr as indispensable and in which a CoCr phase (sigma phase) exists during an organization and anti-**** is 400 or more MPa.

[Claim 2]An intermetallic compound phase which makes a subject substantially a CoCr phase (sigma phase) and an element chosen from Co, 4a group element, and 5a fellows exists during an organization, A CoCr system alloy sputtering target, wherein an overall diameter of an inscribed circle which touches a boundary of a phase in a microstructure is 10 micrometers or less substantially.

[Claim 3]The CoCr system alloy sputtering target according to claim 1 or 2 filling $20 \leq x \leq 50$ and $2 \leq y \leq 20$ with atomic % in an expression of relations expressed with $\text{Co}_{100-x-y}\text{Cr}_x\text{M}_y$ (an M=4a group element, 5a group element).

[Claim 4]atomic % -- $\text{Co}_{100-x-y}\text{Cr}_x\text{M}_y$ (an M=4a group element.) A manufacturing method of a CoCr system target, wherein an overall diameter of an inscribed circle which carries out pressure sintering of the powder which obtained it by carrying out the rapid solidification of the molten metal which fills $20 \leq x \leq 50$ and $2 \leq y \leq 20$ in an expression of relations with which it is expressed with 5a group element, and touches a boundary of a phase adjusts to a microstructure of 10 micrometers or less substantially.

[Translation done.]